

高洁净度齿轮钢中非金属夹杂物的检测方法

肖娜 惠卫军 张永健 赵晓丽 陈鹰

Detection of nonmetallic inclusion in high-strength gear steel with high cleanliness

XIAO Na, HUI Wei-jun, ZHANG Yong-jian, ZHAO Xiao-li, CHEN Ying

引用本文:

肖娜, 惠卫军, 张永健, 赵晓丽, 陈鹰. 高洁净度齿轮钢中非金属夹杂物的检测方法[J]. 工程科学学报, 2020, 42(7): 912-921. doi: 10.13374/j.issn2095-9389.2019.07.15.005

XIAO Na, HUI Wei-jun, ZHANG Yong-jian, ZHAO Xiao-li, CHEN Ying. Detection of nonmetallic inclusion in high-strength gear steel with high cleanliness[J]. *Chinese Journal of Engineering*, 2020, 42(7): 912–921. doi: 10.13374/j.issn2095–9389.2019.07.15.005

在线阅读 View online: https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2019.07.15.005

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

IF钢铸坯厚度方向夹杂物分布及洁净度评估

Evaluation of cleanliness and distribution of inclusions in the thickness direction of interstitial free (IF) steel slabs 工程科学学报. 2020, 42(2): 194 https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2019.03.22.004

X70管线钢及焊缝在模拟煤制气含氢环境下的氢脆敏感性

Hydrogen embrittlement susceptibility of the X70 pipeline steel substrate and weld in simulated coal gas containing hydrogen environment

工程科学学报. 2017, 39(4): 535 https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2017.04.008

20CrMnTi齿轮钢的点蚀敏感性及裂纹萌生风险

Pitting sensitivity and crack initiation risk of 20CrMnTi gear steel 工程科学学报. 2017, 39(5): 731 https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2017.05.011

夹杂物对超高强度钢应力应变场的影响

Influence of inclusion on stress and strain fields in ultra-high strength steel 工程科学学报. 2017, 39(7): 1027 https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2017.07.007

202不锈钢中非金属夹杂物的形成机理

Formation mechanism of non-metallic inclusions in 202 stainless steel 工程科学学报. 2019, 41(12): 1567 https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2018.12.18.004

增氮析氮法去除硅锰脱氧钢中夹杂物的研究

Nonmetallic inclusion removal of Si-Mn deoxidized steel by nitrogen absorption and release method 工程科学学报. 2018, 40(8): 937 https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2018.08.007

工程科学学报,第 42 卷,第 7 期: 912-921, 2020 年 7 月 Chinese Journal of Engineering, Vol. 42, No. 7: 912-921, July 2020 https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2019.07.15.005; http://cje.ustb.edu.cn

高洁净度齿轮钢中非金属夹杂物的检测方法

肖 娜1),惠卫军1)∞,张永健1),赵晓丽1),陈 鹰2)

1)北京交通大学机械与电子控制工程学院,北京 100044 2)钢铁研究总院中心实验室,北京 100081 ⊠通信作者, E-mail: wjhui@bjtu.edu.cn

摘 要 研究了一种方便可靠的夹杂物评估方法:利用合适电化学充氢后的拉伸试样获取夹杂物并与极值统计法相结合估 算不同体积钢中非金属夹杂物的最大尺寸并预测疲劳强度.研究选用工业生产的高洁净度 20Cr2Ni4A 齿轮钢,将淬火+低温 回火态的标准拉伸试样进行电化学充氢,使拉伸断口由于氢脆现象存在一些以粗大非金属夹杂物为中心的脆性平台,从而可 方便快捷地在扫描电子显微镜下对夹杂物的类型、尺寸和分布进行检测,并利用极值统计法对钢中的最大夹杂物尺寸进行 评估.为了验证该方法的准确性,采用传统金相法和旋转弯曲疲劳试验对钢中非金属夹杂物进行了检测,结果表明,使用本 文所提出的夹杂物评估方法预测的钢中最大夹杂物尺寸及疲劳强度与疲劳试验结果相吻合.因此,该方法有望成为预测高 洁净度高强度钢中最大夹杂物尺寸及其疲劳强度的一种有效方法.

关键词 最大夹杂物尺寸评估;氢脆;极值统计法;齿轮钢;高洁净度钢 分类号 TG142.1

Detection of nonmetallic inclusion in high-strength gear steel with high cleanliness

XIAO Na¹, HUI Wei-jun¹)[™], ZHANG Yong-jian¹, ZHAO Xiao-li¹, CHEN Ying²

1) School of Mechanical, Electronic and Control Engineering, Beijing Jiaotong University, Beijing 100044, China

2) Central Laboratory, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China

Corresponding author, E-mail: wjhui@bjtu.edu.cn

ABSTRACT It is well known that large-sized nonmetallic inclusion seriously affects the mechanical properties of high-strength steels, particularly the fatigue properties. Therefore, significant efforts have been made to enhance the fatigue properties of gear steels by improving the cleanliness and, thus, reducing the size and the number of inclusions in steels. However, an effective inclusion inspection method is particularly important because of the relatively low-rate emergence of large-sized inclusions in highly clean steels. Herein, a new inclusion inspection strategy was proposed using a properly hydrogen-charged tensile specimen combined with the application of the statistics of extreme value (SEV) method, which can be used to conveniently and reliably estimate the maximum inclusion size in any volume of high-strength steel and its fatigue strength. A commercial heat of 20Cr2Ni4A gear steel with high cleanliness was used to verify the proposed method. Standard tensile specimens were quenched, tempered at low-temperature, and then properly charged with electrochemical hydrogen. It is found that there were many embrittled platforms, generally with large inclusions on the fracture surfaces of the specimens after normal tensile testing because of the trapping of the charged hydrogen around inclusion and the occurrence of hydrogen embrittlement. The size, composition, and distribution of these inclusions can be analyzed using a scanning electron microscopy, thus, the maximum inclusion size can be predicted using the SEV method. To verify the accuracy of the proposed method, additional inclusion rating methods of conventional optical metallographic observation and high-cycle fatigue testing were conducted. Using the proposed method, it was confirmed that the predicted maximum inclusion size and fatigue strength are consistent with that obtained via the rotating bending fatigue test. Therefore, the proposed method is a promising, efficient, and reliable for use in highstrength steels with high cleanliness to inspect the maximum size inclusion and predict fatigue strength.

KEY WORDS assessment of the maximum inclusion size; hydrogen embrittlement; statistics of extreme value method; gear steel; high cleanliness steel

齿轮作为发动机系统中必不可少的传递动力的 机械部件,在服役过程中承受着弯曲、扭转和接触 等周期性应力变化,因此面临疲劳失效的风险.研 究结果表明,齿轮的失效形式主要为疲劳断裂^[1-2], 并且材料中粗大的非金属夹杂物等缺陷往往为齿 轮失效的断裂源[3-4].因此提高钢材的洁净度,以 减少非金属夹杂物的尺寸与数量可以有效地推迟 疲劳裂纹的萌生、提高疲劳寿命,从而成为提升齿 轮钢材疲劳性能的一个关键^[5].近年来,随着炼钢 工艺的进步,齿轮钢的洁净度水平不断提高,目前 钢中的溶解氧含量可控制在 10-5 以下¹⁶, 这使得齿 轮钢中夹杂物含量的控制水平越来越低. 然而,由 于冶炼过程受到脱氧、二次氧化、炉渣或耐火材 料等影响,钢中仍可能存在粗大的夹杂物,从而严 重影响齿轮钢的疲劳性能^[7].由于高/超洁净度钢 中大尺寸夹杂物出现率很低,采用常规分析方法 如金相法和超声波检测法往往很难检测到^[8].因 此,选用合适的方法来评估钢材中夹杂物的尺寸、 形貌、分布及化学成分,特别是检测粗大夹杂物就 变得越来越重要[8-9].

传统的非金属夹杂物评估方法,如金相评级 法及基于此新发展的 ASPEX 法(夹杂物自动分析 电镜系统)^[10],由于所观察材料的平面不一定是主 受力面,从而无法保证所观察的夹杂物是其尺寸 的最大面,此外也很难发现钢中存在的大尺寸夹 杂物,所以检测结果一般偏小^[9].近年来发展了一 些新的夹杂物检测方法,主要包括无损检测法(超 声波检测、磁性检测和 X 射线衍射检测)、夹杂物 提取法(化学溶蚀和电解溶蚀)、夹杂物浓缩法(电 子束熔炼法和冷坩埚重熔法)、疲劳试验法及极值 统计法(Statistics of extreme value, SEV)等^[8, 11-12]. 这些方法各有优缺点,如夹杂物浓缩法只适用于 检测体积较小的钢材,另外将夹杂物提取之后无 法判定夹杂物在试样中的原始分布[13];无损检测 方法虽然可检测体积较大的钢,与传统检测方法 相比降低了错过大尺寸有害夹杂物的概率,但是 无损检测法很难检测钢中尺寸小于 100 µm 的夹杂 物,并且不能很好地区分缺陷类别^[8].疲劳试验法 利用高强度钢的高/超高周疲劳断口往往起裂于试 样中最大尺寸夹杂物处的特征,从而可评价钢中 的非金属夹杂物[11],该方法目前被认为是获得钢 中粗大夹杂物尺寸的一种最为可靠的方法;然而 为获得尽可能多的夹杂物信息,需要进行大量疲 劳试验,以至于耗费大量时间和成本^[14].近期, Fujita和 Murakami^[15]认为对于硬度≥447 HV的高 强度钢可以利用充氢拉伸试样从夹杂物处起裂这 一现象进行钢中夹杂物尺寸的评估,并且通过极 值统计法可估算不同体积钢中的最大夹杂物尺 寸.此方法不仅解决了疲劳试验法成本高、耗时 长的问题,而且可精准地获得夹杂物的尺寸.但是 类似于疲劳试验结果,一个拉伸断口上只能得到 一个诱导断裂的夹杂物信息,因此仍需要进行大 量实验,并且无法得到夹杂物在钢中的分布情况, 所以该方法还需要进一步的完善.

基于以上考虑,本文以工业生产的一种高洁 净度 20Cr2Ni4A 齿轮钢为研究对象,提出了一种 准确、方便、经济地评估高强度钢中粗大非金属 夹杂物的方法,该方法的本质为拉伸试样进行适 当的电化学充氢后,由于氢极易在夹杂物周围富 集,从而在拉伸试样中非金属夹杂物周围发生局 部氢脆的现象.为了后续描述方便,将该方法称为 氢脆拉伸法.利用此方法即使在超高洁净度下也 可以评价钢中大尺寸夹杂物;此外,还可以得到夹 杂物在断口上的分布及成分情况,结合 SEV 法可 估算钢中最大夹杂的尺寸.因此,该方法不仅为钢 材冶金质量控制提供可靠的技术依据,同时也为 进一步预测钢的疲劳强度提供了基础.

1 实验材料及方法

1.1 实验材料

实验料为工业生产的 20Cr2Ni4A 齿轮钢棒材 (ϕ 80 mm×1000 mm),其化学成分如表 1 所示.原 始棒材的总体积为 5.02×10⁶ mm³.首先将棒材改锻 成 ϕ 16 mm 的圆棒(改锻工艺为:加热到 1220 ℃ 保 温 2 h,开锻温度大于 1200 ℃,终锻温度大于 900 ℃, 锻后空冷);然后为方便后续的加工进行高温回火 处理(加热到 670 ℃ 保温 5 h 后空冷);最后,经 880 ℃×45 min 油淬+200 ℃×2 h 低温回火处理后精 加工成标准拉伸试样,如图 1 所示.图 1 所示拉伸 试样的标准检测体积 $V_0 = \pi d_0^2 L_0/4=589$ mm³,其中 d_0 为样品的直径(5 mm); L_0 为拉伸试样中间平直 部分距离(30 mm).经上述热处理后的钢材维氏硬 度为 430 HV.

表1 实验料 20Cr2Ni4A 的化学成分 (质量分数)

Table 1 Chemical composition of the tested steel 20Cr2Ni4A %										
С	Si	Mn	Р	S	Cr	Ni	Al	0	N	
0.15	0.29	0.45	0.016	0.007	1.44	3.37	0.027	0.0022	0.0070	
60		13		5 0.8	5: 30±0.: 65±1 ¥ #24k	±0.05 5 及尺寸	4.5 上(前位)		M12-6h	

Fig.1 Dimensions and shape of the tested tensile specimen (unit: mm)

1.2 极值统计法(SEV)

极值统计法的本质就是外推法,这种极值理论的基本思路是当预先给定数量的数据点服从某一分布时,则其每组数据中的最大值也服从该分布^[11-12,15].因此可以利用 SEV 对一定体积钢或构件中的夹杂物等缺陷进行分析并预测最大夹杂物尺寸^[15].

一般其分布满足 Gumbel 分布^[12], 分布函数为:

 $G(z) = \exp\{-\exp[-(z-\lambda)/\alpha]\}$ (1)

式中: z 为夹杂物尺寸, μ m; G(z) 为最大夹杂物尺寸 不大于 z 的概率; $\alpha(>0)$ 和 λ 分别为夹杂物尺寸和 位置参数, 可以通过数据的线性拟合得到.

在实际测量中,首先要找到一个标准检测体 积 V_0 (mm³),然后在 V_0 中找到最大尺寸夹杂物,将 夹杂物可近似视为椭圆形,利用图像分析法可以 测量出夹杂物的长轴和短轴,然后计算出其面积 的平方根值 $z = \sqrt{\text{Area}_{max}}$,这一过程重复 N 次.每 个 V_0 中得到的最大夹杂物尺寸 $\sqrt{\text{Area}_i}$ 按从小到大 顺序排列,并注明下标 i=1, 2, 3, ..., N. 于是就有: $\sqrt{\text{Area}_1} \leq \sqrt{\text{Area}_2} \leq ... \leq \sqrt{\text{Area}_N}$,则分布函数可表 示为:

$$G(z_i) = \frac{i}{N+1} = \exp\left\{-\exp\left[\frac{-(z_i - \lambda)}{\alpha}\right]\right\}$$
(2)

为减少方程变量,假设:

$$v = \frac{z - \lambda}{\alpha} \tag{3}$$

通过根据式(2)和式(3)可以得到:

$$y = -\ln\{-\ln[i/(N+1)]\}$$
 (4)

作 y 和 z 的关系图,根据线性回归即可得到 α 和 λ 的值.

对于大体积钢材而言,若其被测体积为 V,则 其返回周期 T 定义为^[12]:

$$T = V/V_0 \tag{5}$$

在被测体积 V中最大夹杂物的尺寸 zv定义为:在 V中此夹杂物的大小只被超过一次,即体积 V中的最大尺寸夹杂物只有一个,则:

$$1/T = 1 - G(z_v)$$
 (6)

所以 y 可以用与体积相关的参数 T 表示:

$$y = -\ln\{-\ln[(T-1)/T]\}$$
 (7)

不同体积钢中最大夹杂物尺寸 z_v可以通过式 (6)来进行估算.

1.3 夹杂物检测

将拉伸试样在 0.1 mol·L⁻¹的 NaOH 水溶液中 进行电化学充氢,充氢时间为 72 h,充氢电流密度 选择 4、8 和 16 mA·cm⁻².通过改变充氢电流密度 来确定最终合适的充氢参数.充氢结束后拉伸试 样在空气中放置 1 h 使氢充分扩散,随后在 SUNS 5305 型万能试验机上进行常规拉伸试验,拉伸速 率为 1 mm·min⁻¹.值得注意的是,此方法拉伸速率 明显快于用于评价高强度钢中氢脆敏感性的慢应 变拉伸实验速率(0.005 mm·min⁻¹)^[16].然后将拉伸 断口在附带能谱仪(Energy-dispersive X-ray analyzer, EDX)的 扫 描 电 子 显 微 镜 (Scanning electron microscopy, SEM, ZEISS EVO.18 型)下观察,分别 记录每个试样 V_0 中最大夹杂物尺寸并作为极值统 计法的样本数据.利用德国布鲁克 G4 扩散氢分析 仪测试经电化学充氢后试样中的总氢含量.

为了对比氢脆拉伸法评估夹杂物结果的准确 性,使用传统金相法及疲劳试验法对钢中非金属 夹杂物进行评估.金相法是在 20Cr2Ni4A 钢棒料 上随机位置切取 15 个金相样,观察面为圆棒的纵 截面,每个试样的标准检测视场尺寸为 16 mm(垂 直轧向)×12.5 mm(轧向),则观察面积 S₀=200 mm². 将上述所有金相样的观察面进行研磨抛光后在 SEM 下观察,分别记录每个试样中最大夹杂物尺寸.

旋转弯曲疲劳试验在国产 PQ1-6 型试验机上进行.试验旋转速度为 5000 rmin⁻¹,循环应力比 *R*=-1.试验一直进行到试样发生失效或达到 10⁷次为止.采用升降法来测定材料的疲劳极限 (σ₋₁).将所有失效的疲劳试样断口进行切割、清 洗、吹干后,在 SEM 下观察疲劳断口的形貌,并统 计疲劳试样失效的主要方式,如是夹杂物导致疲 劳断裂,则记录疲劳试样断口起裂源处夹杂物的 成分、尺寸、类型以及距表面距离等参数.

2 实验结果

2.1 氢脆拉伸法检测非金属夹杂物

图 2 和图 3 分别为未充氢和充氢后拉伸试样

的 SEM 断口形貌.如图 2(a)和 2(b)所示,未充氢 样断口为典型的韧窝状韧性断裂,在部分粗大的 韧窝内部可见破碎的夹杂物.通过图 2(c),2(e), 3(a),3(b)可以观察到不同于未充氢拉伸试样断 口形貌,在充氢后的拉伸断口上存在一些圆形平 台.高倍下观察发现平台心部往往存在一个明显 的夹杂物(图 2(d),2(f),3(c)),形成类似于高/超 高周疲劳断口上的"鱼眼"状形貌^[17-18].通过对比 图 2(c),2(e)和图 3(a)充氢后拉伸断口的低倍形 貌发现,随着充氢电流密度的增加,拉伸断口上包 含夹杂物的平台数量明显增加.

如图 3(c)和 3(d)所示拉伸断口上夹杂物基本 呈球状,类型为含 Al、Mg、Ca、S、O等的氧化物-硫化物复合夹杂物.此外充氢拉伸断口上圆形平 台的断裂机制与周围基体不同,平台区域为准解 理脆性断裂,且断裂面上伴有变形线(图 3(e));而 其他区域则为细小的韧窝状韧性断裂(图 3(f)). 因此,该平台为一种典型的氢致脆性断裂.这表明 在本试验条件下,实验钢充氢后的拉伸试样更易 于从试样中夹杂物处起裂,并在夹杂物的周围产 生一个氢脆平台,从而便于检测钢中夹杂物尺寸 及其分布情况.因此,为了检测到较多的夹杂物信 息,本文所研究的氢脆拉伸法评估非金属夹杂物 的充氢参数选择为在16 mA·cm⁻²电流密度下充氢 72 h.

选取 10 个充氢后拉伸试样进行拉伸实验(编号 T-1 至 T-10).在 10 个拉伸试样的相同检测体 积内,共检测到的夹杂物个数为 182 个,图 4 为这



图 2 20Cr2Ni4A 钢未充氢(a, b)和不同充氢电流密度下(c, d, e, f)拉伸试样的 SEM 断口形貌. (a, c, e)低倍整体形貌; (b, d, f)断口及圆形脆性平 台高倍形貌; (c, d) 4 mA·cm⁻², 72 h; (e, f) 8 mA·cm⁻², 72 h

Fig.2 SEM fractographs of uncharged (a,b) and hydrogen-charged (c,d,e,f) 20Cr2Ni4A specimens at different current densities: (a,c,e) low magnification of the fracture surfaces; (b,d,f) high magnification of the fracture surface and brittle circle platform regions; (c,d) 4 mA \cdot cm⁻², 72 h; (e,f) 8 mA \cdot cm⁻², 72 h



图 3 20Cr2Ni4A 钢在 16 mA·cm⁻², 72 h 的充氢制度下的拉伸试样的典型 SEM 断口形貌. (a, b)低倍形貌; (c)圆形脆性平台及平台中心的夹杂物 形貌; (d)图(c)中圆形平台中心夹杂物的能谱; (e)圆形平台区域; (f)圆形平台外区域

Fig.3 SEM fractographs of a tensile specimen of 20Cr2Ni4A after hydrogen charging at 16 mA \cdot cm⁻² current density for 72 h: (a,b) overall view; (c) brittle circle platform regions and an inclusion in the center of a circle platform region; (d) EDX of the inclusion in (c); (e) the region within the circle platform; (f) the region outside of the circle platform

些夹杂物的尺寸分布情况.可见,夹杂物尺寸绝大 部分集中在3~15μm范围.表2汇总了每个拉伸 试样中的最大夹杂物尺寸.根据表2的数据,应用 极值统计法进行统计(图5),并应用线性回归拟合 得到α=3.45,λ=15.59,即利用氢脆拉伸法与极值统 计法相结合得到20Cr2Ni4A钢中的最大夹杂物尺 寸z可表达为:

$$z = 3.45y + 15.59 \tag{8}$$

由于一个拉伸试样的标准检测体积 V₀= 589 mm³,通过式(5)和式(7)可得 y=9.05,再将 y 值 代入式(8)可得 z_{max}=46.81 μm.即通过氢脆拉伸法 与极值统计法相结合估计 20Cr2Ni4A 钢原始棒料 体积为 5.02×10⁶ mm³中的最大夹杂物尺寸约为 46.81 μm.



图 4 充氢拉伸样中检测的夹杂物尺寸分布

Fig.4 Size distribution of inclusions detected in the hydrogen-charged tensile specimens

2.2 金相法和疲劳法检测非金属夹杂物

金相法选取了15个样品进行夹杂物检测(编

表2 充氢后每个拉伸试样中最大夹杂物尺寸 (V₀=589 mm³, N=10)

Table 2 Summary of the maximum inclusion size detected in each hydrogen-charged tensile specimen (V_0 =589 mm³, N=10)

Sample No.	T-1	T-2	T-3	T-4	T-5	T-6	T-7	T-8	T-9	T-10
Maximum inclusion size /µm	11.96	20.21	23.75	14.09	14.71	20.12	15.65	18.80	16.18	17.55



Fig.5 Estimation of SEV method of hydrogen-charged tensile specimens

号 M-1 至 M-15), 典型夹杂物形貌及能谱见图 6. 夹杂物类型主要是由 Al、Mg 和 O 组成的球状氧 化物.每个金相样中的最大夹杂物尺寸如表 3 所 示, 15 个样品中最大夹杂物的平均尺寸为 7.64 μ m. 一般金相法的标准检测体积规定为检测面积与 $\sum \sqrt{\text{Area}_{\max,i}}/N$ 的乘积^[12].因此本文所研究的金相法 标准检测体积 V_0 =200 mm²×0.00764 mm=1.53 mm³.

图 7(a)为 20Cr2Ni4A 钢的旋转弯曲疲劳试验 结果,其疲劳强度为 664 MPa. 对所有疲劳断口的 SEM 分析表明,在全部 14 个疲劳断口中,11 个样 品(编号 F-1 至 F-11)疲劳起裂于内部或表层夹杂物,其余 3 个为表面基体起裂,即绝大部分疲劳断裂起源于钢中粗大的夹杂物,表 4 汇总了每个疲劳样品起裂源处夹杂物尺寸.如图 7(b)所示,起裂源处夹杂物大部分均位于距试样表面 45 µm 范围内,仅有 2 个试样夹杂物位于距表面 200~300 µm 范围内,这主要与旋转弯曲疲劳试样表层受力较大有关.所有导致疲劳失效的夹杂物中最小的夹杂物尺寸为 20.12 µm,最大尺寸为 31.07 µm,平均尺寸为 26.58 µm.疲劳试验法的标准检测体积 $V_0 = \pi D_0^2 L/4 = 840 \text{ nm}^3,其中 D_0 表示疲劳试样中间标距段的直径(5.97 mm); L 为疲劳试样中间平直部分的长度(30 mm).典型疲劳断口夹杂物形貌及其能谱见图 8.通过能谱分析表明,裂纹源处的夹杂物均为含 Al、Ca 等元素的复合氧化物.$

根据表 3 和表 4 中的夹杂物数据,金相法和疲劳法 与极 值统 计法 相结合,如图 9 所示,得到 20Cr2Ni4A 钢中最大夹杂物尺寸可表达为:

z = 1.82y + 6.70 (金相法) (9)

z=3.19*y*+24.98 (疲劳法) (10)

同样将金相法和疲劳法的标准检测体积代入 式(5)和式(7)可知金相法和疲劳法所得的y值分



图 6 金相法观察到的典型夹杂物形貌(a)及其能谱(b)

Fig.6 Typical inclusion observed by metallographic method (a) and corresponding EDX of the inclusion (b)

表3 每个金相样中最大夹杂物尺寸 (V₀=1.53 mm³, N=15)

Table 3	Summary	of the maxi	imum inclusio	n detected in	each metallogra	phic specime	n ($V_0=1.53 \text{ mm}$	n^3 , N=15

Sample No.	M-1	M-2	M-3	M-4	M-5	M-6	M-7	M-8
Maximum inclusion size /µm	5.23	4.48	5.60	8.45	12.99	8.87	7.42	7.63
Sample No.	M-9	M-10	M-11	M-12	M-13	M-14	M-15	
Maximum inclusion size /µm	6.48	8.52	8.26	7.02	6.30	8.72	8.60	



图 7 20Cr2Ni4A 钢的旋转弯曲疲劳试验结果. (a) S-N曲线; (b)疲劳源夹杂物尺寸及其位置

Fig.7 Results of rotating bending fatigue test of 20Cr2Ni4A: (a) S-N curves; (b) the size of inclusions at fracture origin and their distances from specimen surface

表4 每个疲劳失效样品起裂源处夹杂物尺寸 (V₀=840 mm³, N=11)

Table 4 Summary of the inclusion size detected in fatigue failure origins (V_0 =840 mm ³ , N =11)												
Sample No.		F-1	F-2	F-3	F-4	F-5	F-6	F-7	F-8	F-9	F-10	F-11
Inclusion size /µm		23.16	22.37	28.50	31.07	26.52	26.21	28.10	26.78	29.18	30.36	20.12



图 8 20Cr2Ni4A 钢疲劳断口的典型非金属夹杂物形貌(a)及其能谱(b)

Fig.8 Typical non-metallic inclusion at fracture origin of 20Cr2Ni4A obtained using the rotating bending fatigue test (a) and corresponding EDX of the inclusion (b)





Fig.9 Estimation of the SEV method of inclusions obtained using the metallographic and fatigue specimens

别为15.00和8.70. 再将 y 值代入式(9)和式(10) 即可得到通过金相法与极值统计法相结合估计 20Cr2Ni4A 钢原始棒料体积为5.02×10⁶ mm³中的 最大夹杂物尺寸约为34.01 μm;疲劳法与极值统计 法相结合得到钢中最大夹杂物尺寸为 52.72 µm.

3 分析与讨论

3.1 夹杂物周围脆性平台的形成

高强度钢中夹杂物与周围基体的界面往往为 一种强的不可逆氢陷阱,如Al₂O₃夹杂物与基体界 面的陷阱激活能高达 79 kJ·mol^{-1[19]}.已有研究者通 过氚示踪成像技术及二次离子质谱仪直接观察到 了在钢中Al₂O₃等夹杂物的周围存在较为强烈的 氢富集^[20-21].因此在钢材冶炼、加工、热处理及电 化学充氢过程中进入钢中的部分氢就被吸附在夹 杂物陷阱中^[19-21].

电化学充氢的时间 (*t*_H) 可以通过下式来进行 计算^[22]:

$$x = \alpha (D_{\rm H} t_{\rm H})^{1/2}$$
 (11)

式中, D_H 为氢的扩散系数, 对于室温条件下低合

金马氏体钢而言 D_H=3.70×10⁻¹¹ m²·s^{-1[23]}; α是 1~4 范围内的常数,本文取 a=1; x 为氢的扩散距离,对 于直径为5mm的拉伸试样,氢扩散透整个样品即 为氢由试样表面扩散至样品中心位置,即 x=2.5 mm. 根据式(11)可以得到氢扩散透整个拉伸试样最长 需要 47 h. 因此本文氢脆拉伸法选取充氢时间为 72h 可确保拉伸试样中的氢达到平衡稳定状态. 如图 10(a) 所示, 随着充氢电流密度的增加, 充氢 试样中的氢含量逐渐增加.一方面,夹杂物周围富 集较多的氢会导致微裂纹的萌生;另一方面氢致 脆化区域的面积与试样中的氢含量密切相关[24]. 因此会在高电流密度的充氢拉伸断口上存在较多 以夹杂物为中心的脆性平台. 该脆性平台的出现 使得 20Cr2Ni4A 钢的塑性明显降低(图 10(b)). 类 似的夹杂物周围存在脆性平台现象在充氢的低碳 合金钢中同样发现^[25].显然,这种脆性平台的出现 使得夹杂物的分布和尺寸数据的获得尤为方便及 快捷.

3.2 不同体积钢中最大夹杂物尺寸的估算及疲劳 强度预测

根据式(6)可以估算出不同体积钢中的最大 夹杂物尺寸 z_v.表5为三种夹杂物检测方法与极 值统计相结合来估算不同体积20Cr2Ni4A钢中最 大夹杂物尺寸的结果.将相同体积下三种方法的 结果进行对比可知,氢脆拉伸法得到的最大夹杂 物尺寸与疲劳法最为接近,金相法得到的结果偏 小,从而进一步验证了用氢脆拉伸法评估钢中最 大夹杂物尺寸的可行性.

适用于描述高周疲劳 S-N曲线的 Basquin 方程可表达为^[26]:

$$\sigma_{\alpha} = \sigma_{\rm f} (2N_{\rm f})^b \tag{12}$$

式中, σ_{α} 为疲劳应力幅; N_{f} 为疲劳寿命,对于本研

究, $N_{\rm f}$ =1×10⁷; $\sigma_{\rm f}$ 为疲劳强度系数; b 为 Basquin 指数. 为预测高强度钢的高周疲劳强度, Liu 等^[27] 指出疲劳强度系数、Basquin 指数与高强度钢基体硬度 H和钢中夹杂物尺寸√Area存在以下关系:

$$\sigma_{\rm f} = 1.12 \frac{(H+120)^{9/8}}{(\sqrt{\rm Area})^{1/8}}$$
(13)

$$b = \frac{1}{3} \lg [1.35(H + 120)^{-\frac{1}{16}} (\sqrt{\text{Area}})^{-\frac{1}{48}}] \quad (14)$$

将表5中不同体积钢中最大夹杂物尺寸代入 式(13)和式(14)中分别得到 $\sigma_{\rm f}$ 和b的值,再代入 式(12)中即可得到疲劳强度的预测值,结果如 图 11 所示,可以发现三种夹杂物检测方法预测的 疲劳强度都随着检测体积的增加而连续下降,这 是因为随着 20Cr2Ni4A 钢检测体积的增加, 钢中 最大夹杂物尺寸增加从而导致疲劳强度下降. 然 而实际钢中的夹杂物尺寸一定存在极值,不会随 着钢材体积的增加而无限增大,因此疲劳强度降 低呈现出先快后慢的趋势. 图 11 中同时给出了通 过疲劳试验得到的 20Cr2Ni4A 钢疲劳强度,由于 疲劳强度取决于钢中引起疲劳破坏作用的所有夹 杂物,它们的尺寸并不完全都大于最大夹杂物尺 寸,所以相对来说疲劳试验获得的疲劳强度大于 预测的疲劳强度是合理的.此外,通过氢脆拉伸法 与极值统计法相结合预测的疲劳强度与试验值更 为接近. 且在大体积钢中通过氢脆拉伸法预测的 疲劳强度与疲劳法预测的结果相近. 由于金相法 得到的夹杂物尺寸偏小,因此其预测的疲劳强度 较高. 所以,氢脆拉伸法可以作为预测大体积钢中 高周疲劳强度的一种有效方法.

3.3 夹杂物检测方法的综合评价

由式(2)可得第*i*个夹杂物尺寸不大于*z_i*的累 计概率为:



图 10 不同充氢电流密度下样品中氢含量(a)和工程应力-应变拉伸曲线(b)

Fig.10 Hydrogen content (a) and engineering stress-strain curves (b) of the specimens before and after hydrogen-charging at varying current densities

Table 5 Estimated maximum inclusion size for different volumes of the tested steel											
Mathad	Volume $V_{\rm c}$ / mm ³	Maximum size of inclusion /µm									
Method	volume, v ₀ / mm	$V = 10^3 \text{ mm}^3$	$V = 10^4 \text{ mm}^3$	$V = 10^5 \text{ mm}^3$	$V = 10^{6} \text{ mm}^{3}$	V=5.02×10 ⁶ mm ³					
Fatigue	840	23.05	32.74	40.21	47.57	52.72					
Hydrogen embrittlement-tensile	589	16.00	25.26	33.29	41.25	46.81					
Metallographic	1.53	18.50	22.69	26.88	31.07	34.01					





图 11 20Cr2Ni4A 钢的体积与疲劳强度的关系

Fig.11 Relationship between the volume of 20Cr2Ni4A steel and the fatigue strength

$$G(z_i) = i/(N+1)$$
 (15)

针对氢脆拉伸法的样品数据 N=10 时,最大夹 杂物尺寸不大于 23.75 μ m(表 2 中 T-3 样)的概率 为 10/(10+1)=90.91%,并且外推出最大夹杂物尺寸 不大于 47.36 μ m 的概率为 99.99%.显然在实际操 作中 V_0 越大、N 越多,氢脆拉伸法与极值统计法 相结合结果越准确,价值越大.

综上所述,从经济、便捷和成本方面综合考虑,疲劳试样的加工及试验成本至少是氢脆拉伸 法的4倍;其次尽管氢脆拉伸法需要对拉伸试样 进行72h的电化学充氢,但是相比于疲劳试验近 一个月的实验周期,氢脆拉伸法大大节约了检测 时间.此外,由于充氢后拉伸断口上存在以夹杂物 为中心的脆性平台,这使得夹杂物检测相比于金 相法更为便捷.通过氢脆拉伸法和金相法得到的 夹杂物数据与极值统计法相结合估算钢中最大夹 杂物尺寸分别大约为47 μm和34 μm.氢脆拉伸法 得到钢中最大夹杂物尺寸与疲劳法的结果相近 (约53 μm),从而证实了氢脆拉伸法检测夹杂物的 准确性.因此氢脆拉伸法有望作为高洁净度高强 度钢中评估最大夹杂物尺寸和预测高周疲劳强度 的一种有效和可靠的方法.

4 结论

(1)20Cr2Ni4A 钢淬火+低温回火态拉伸试样

经适当电化学充氢后的拉伸断口上存在一些脆性 平台,且在此脆性平台心部往往存在有大尺寸夹 杂物.利用此现象可方便、快捷地在 SEM 下对高 洁净度钢中夹杂物的类型、尺寸和分布进行检测.

(2)为验证氢脆拉伸法的准确性,利用金相法和疲劳法对 20Cr2Ni4A 钢中的夹杂物进行了评估. 通过对比三种检测方法评估 20Cr2Ni4A 钢中最大 夹杂物尺寸的结果,表明氢脆拉伸法与疲劳法的 结果相差较小,金相法得到的最大夹杂物尺寸相 对偏小,从而证实了氢脆拉伸法的准确性.

(3) 三种夹杂物检测方法与极值统计法相结 合可对不同体积 20Cr2Ni4A 钢中的最大夹杂物尺 寸和高周疲劳强度进行预测.结果表明氢脆拉伸 法的预测值与疲劳结果较为接近,因此认为该方 法不仅可预测不同体积高强度钢中的最大夹杂物 尺寸,同样也是预测其高周疲劳强度的一种有效 方法.

参考文献

- [1] Savaria V, Bridier F, Bocher P. Predicting the effects of material properties gradient and residual stresses on the bending fatigue strength of induction hardened aeronautical gears. *Int J Fatigue*, 2016, 85: 70
- [2] Jo B, Sharifimehr S, Shim Y, et al. Cyclic deformation and fatigue behavior of carburized automotive gear steel and predictions including multiaxial stress states. *Int J Fatigue*, 2017, 100: 454
- [3] Nehila A, Li W, Gao N, et al. Very high cycle fatigue of surface carburized CrNi steel at variable stress ratio: failure analysis and life prediction. *Int J Fatigue*, 2018, 111: 112
- [4] Liu P F, Li W, Nehila A, et al. High cycle fatigue property of carburized 20Cr gear steel under axial loading. *Metals*, 2016, 6(10): 246
- [5] Mengaroni S, Bambach M D, Cianetti F, et al. Strengthening improvement on gear steels. *Steel Res Int*, 2016, 87(5): 608
- [6] Dong W L, Ni H W, Zhang H, et al. Effect of slag composition on the cleanliness of 28MnCr5 gear steel in the refining processes. *Int J Miner Metall Mater*, 2016, 23(3): 269
- [7] Murakami Y, Kodama S, Konuma S. Quantitative evaluation of effects of non-metallic inclusions on fatigue strength of high strength steels. I: basic fatigue mechanism and evaluation of

correlation between the fatigue fracture stress and the size and location of non-metallic inclusions. *Int J Fatigue*, 1989, 11(5): 291

- [8] Atkinson H V, Shi G. Characterization of inclusions in clean steels: a review including the statistics of extremes methods. *Prog Mater Sci*, 2003, 48(5): 457
- [9] Bartosiaki B G, Pereira J A M, Bielefeldt W V, et al. Assessment of inclusion analysis via manual and automated SEM and total oxygen content of steel. *J Mater Res Technol*, 2015, 4(3): 235
- [10] Yu H X, Shao X J, Zhang J, et al. Study on the quantitative relationship between total oxygen content and non-metallic inclusion in steel with ASPEX SEM. *Chin J Eng*, 2015, 37(增刊 1): 35
 (于会香,邵肖静,张静,等.采用ASPEX扫描电镜研究钢中总氧 和非全國並改物的完量关系 工程利誉党报 2015 37(增刊).

和非金属夹杂物的定量关系.工程科学学报,2015,37(增刊1): 35)

- [11] Furuya Y, Matsuoka S, Abe T. A novel inclusion inspection method employing 20 kHz fatigue testing. *Metall Mater Trans A*, 2003, 34(11): 2517
- [12] Zhang J M, Zhang J F, Yang Z G, et al. Estimation of maximum inclusion size and fatigue strength in high-strength ADF1 steel. *Mater Sci Eng A*, 2005, 394(1-2): 126
- [13] Shi G, Atkinson H V, Sellars C M, et al. Maximum inclusion size in two clean steels Part 2 use of data from cold crucible remelted samples and polished optical cross-sections. *Ironmaking Steelmaking*, 2000, 27(5): 361
- [14] Yang Z G, Zhang J M, Li S X, et al. Estimation of the critical size of inclusion in high strength steel under high cycle fatigue condition. *Acta Metall Sin*, 2005, 41(11): 1136
 (杨振国, 张继明, 李守新, 等. 高周疲劳条件下高强钢临界夹杂 物尺寸估算. 金属学报, 2005, 41(11): 1136)
- [15] Fujita S, Murakami Y. A new nonmetallic inclusion rating method by positive use of hydrogen embrittlement phenomenon. *Metall Mater Trans A*, 2013, 44(1): 303
- [16] Hui W J, Xu Z B, Zhang Y J, et al. Hydrogen embrittlement behavior of high strength rail steels: A comparison between

pearlitic and bainitic microstructure. *Mater Sci Eng A*, 2017, 704: 199

- [17] Wang C, Petit J, Huang Z Y, et al. Investigation of crack initiation mechanisms responsible for the fish eye formation in the very high cycle fatigue regime. *Int J Fatigue*, 2019, 119: 320
- [18] Zhu M L, Jin L, Xuan F Z. Fatigue life and mechanistic modeling of interior micro-defect induced cracking in high cycle and very high cycle regimes. *Acta Mater*, 2018, 157: 259
- [19] Bhadeshia H K D H. Prevention of hydrogen embrittlement in steels. *ISIJ Int*, 2016, 56(1): 24
- [20] Otsuka T, Hanada H, Nakashima H, et al. Observation of hydrogen distribution around non-metallic inclusions in steels with tritium microautoradiography. *Fusion Sci Technol*, 2005, 48(1): 708
- [21] Takai K, Seki J I, Homma Y. Observation of trapping sites of hydrogen and deuterium in high-strength steels by using secondary ion mass spectrometry. *Mater Trans JIM*, 1995, 36(9): 1134
- [22] Chu W Y, Qiao L J, Li J X, et al. Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking. Beijing: Science Press, 2013 (褚武扬, 乔利杰, 李金许, 等. 氢脆和应力腐蚀. 北京: 科学出版 社, 2013)
- [23] Han J, Nam J H, Lee Y K. The mechanism of hydrogen embrittlement in intercritically annealed medium Mn TRIP steel. *Acta Mater*, 2016, 113: 1
- [24] Qi Y M, Luo H Y, Zheng S Q, et al. Effect of immersion time on the hydrogen content and tensile properties of A350LF2 steel exposed to hydrogen sulphide environments. *Corros Sci*, 2013, 69: 164
- [25] Todoshchenko O M I, Yagodzinskyy Y, Saukkonen T, et al. Role of nonmetallic inclusions in hydrogen embrittlement of highstrength carbon steels with different microalloying. *Metall Mater Trans A*, 2014, 45(11): 4742
- [26] Genel K. Estimation method for the fatigue limit of case hardened steels. *Surf Coat Technol*, 2005, 194(1): 91
- [27] Liu Y B, Li Y D, Li S X, et al. Prediction of the S-N curves of high-strength steels in the very high cycle fatigue regime. *Int J Fatigue*, 2010, 32(8): 1351